



# AUSLEGESCHRIFT

## 1 203 652

Int. Cl.:

C00

Deutsche Kl.: 78 c - 8

Nummer: 1 203 652

Aktenzeichen: W 36186 VI b/78 c

Anmeldetag: 18. Februar 1964

Auslegetag: 21. Oktober 1965

## 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung gelatinierter Nitrocellulose.

Nitrocellulose für technische Zwecke wird bekanntlich unter anderem in Form weichmacherhaltiger, gelatinierter Blättchen, sogenannter Nitrocellulose-Chips, in den Handel gebracht. Zur Herstellung dieser Nitrocellulose-Chips sind verschiedene Verfahren bekanntgeworden. Nach einem dieser Vorschläge wird Nitrocellulose in weichmacherhaltigen Lösungsmitteln gelöst und die Lösung in Wasser ausgefällt, wobei sich feste Kugeln im Wasser niederschlagen. Es ist auch schon vorgeschlagen worden, die wasserfeuchte Nitrocellulose in die wäßrige Lösung oder Emulsion eines Lösungsmittels und eines Weichmachers einzutragen, dann die Mischung so lange bis zum Kochpunkt der Lösungsmittel zu erhitzen, bis die Lösungsmittel langsam abdestilliert sind. Nach dem Abkühlen wird die Nitrocellulose durch Zentrifugieren abgetrennt und bei niedriger Temperatur getrocknet.

Nach einem anderen Verfahren wiederum wird die faserige Nitrocellulose mit einer wäßrigen Emulsion eines Weichmachers zusammengebracht, welcher ein aktives Lösungsvermögen für Nitrocellulose besitzt. Die weichmacherhaltige Nitrocellulose wird durch Zentrifugieren von dem Wasser abgetrennt und anschließend die weichmacherhaltige Nitrocellulose auf Walzenstühlen gewalzt und dann getrocknet.

Weiter ist bekannt, Nitrocellulose-Chips dadurch herzustellen, daß man die Nitrocellulose in einem Knetter mit der berechneten Weichmachermenge übergießt und anschließend verknetet, wobei eine gelatinerte Masse entsteht. Die gelatinerte Masse wird in bekannter Weise gewalzt und getrocknet.

Alle beschriebenen Verfahren erfordern relativ viel Energie, sind umständlich und führen zum Teil zu nur mangelhaft durchgelatinierten Produkten, wobei die ungelatinerten Partien bei dem sich anschließenden Walz- und Trockenprozeß zur Bildung des unerwünschten und gefährlichen Nitrocellulosestaubes führen.

Zweck der Erfindung ist die Herstellung eines besonders homogen und gleichmäßig durchgelatinierten Nitrocelluloseproduktes in einfacher und wirtschaftlicher Weise, was man dadurch erreicht, daß die wasserfeuchte flockige Nitrocellulose, wie sie üblicherweise als Zwischenprodukt nach dem Abtrennen des Wassers aus der Nitrocellulosesuspension anfällt, in einem nicht verdichtend wirkenden Mischer auflockert und mit der vorbestimmten Menge des Weichmachers besprüht bzw. bedüst und anschließend das

Verfahren zur Herstellung gelatinierter Nitrocellulose

Anmelder:

Wolff &amp; Co. Aktiengesellschaft, Walsrode

Als Erfinder benannt:

Dr. Karl-Hans Heinlein, Bomlitz;

Joachim Busch, Benefeld

## 2

besprühte Produkt in bekannter Weise auf Walzenstühlen verdichtet und dann trocknet.

Es ist vorteilhaft, den Weichmacher in möglichst feinen Tröpfchen zu versprühen. Als Weichmacher sollen hierbei die für Nitrocellulose bekannten Weichmacher, wie z. B. Phthalsäureester, Trikressylphosphat, Zitronensäureester verstanden werden.

Vorzugsweise beträgt die Verweilzeit im Mischer nur wenige Minuten, so daß der Energieaufwand wesentlich geringer ist als beispielsweise bei Einsatz eines Kneters. Das Besprühen mit Weichmacher kann bei Zimmertemperatur stattfinden; nur bei hochviskosen Typen kann es vorteilhaft sein, die Temperatur leicht zu erhöhen. Die durch das Aufsprühen herbeigeführte gute Vermischung von Weichmacher und Nitrocellulose führt weiter zu einer Reduzierung der Walz- und Trockenzeit, so daß auch bei diesem anschließenden Prozeß Energie und Lohnkosten eingespart werden.

Ein weiterer Vorteil des neuen Verfahrens ist darin zu sehen, daß bereits nach dem Aufsprühen des Weichmachers sich die ursprünglich faserförmige Nitrocellulose in ein rieselfähiges, weichmacherhaltiges Granulat verwandelt, das sich gut bunkern und dosieren läßt und damit einer automatischen Verarbeitung zugänglich ist.

## Beispiel 1

In einen horizontalen, zylindrischen Mischer von 300 l Nennvolumen, ausgestattet mit schnell laufendem Rührwerk, Spezialzerhacker und Zerstäubungsgerät, wurden 62,55 kg wasserfeuchte, niedrigviskose Nitrocellulose (Type E 330) (= 45 kg Nitrocellulose atro) mit einem Wassergehalt von 28,1 % lose eingefüllt, so daß der Füllgrad des Mixers etwa 85 % des Nennvolumens betrug. Bei laufendem Rührwerk und Spezialzerhacker wurden 9 kg Dibutylphthalat über das Einsprühgerät in 5 Minuten bei Zimmer-

509 718/155

Best Available Copy

This Page Blank (uspto)

temperatur zugegeben. Während dieser Zeit verliert die Nitrocellulose ihre Faserstruktur; sie geht in ein rieselfähiges Granulat über, das bei laufendem Rührwerk innerhalb von wenigen Sekunden aus der geöffneten Bodenklappe des Mischers ausläuft.

### Beispiel 2

48,1 kg wasserfeuchte, mittelviskose Nitrocellulose (Type E 510) (= 35 kg Nitrocellulose atro) mit einem Wassergehalt von 27,2 % wurden in dem im Beispiel 1 beschriebenen Mischer bei 20° C innerhalb von 15 Minuten mit 7,7 kg Dibutylphthalat besprüht. Der Füllgrad des Mischers nahm von 85 auf 45 % ab.

Die Nitrocellulose ging von der faserigen in die Granulatstruktur über.

### Beispiel 3

Ein wie im Beispiel 1 beschriebener Mischer, der mit einem zusätzlichen Doppelmantel versehen war, wurde mit Dampf auf 100° C geheizt. 20,3 kg wasserfeuchte, hochviskose Nitrocellulose (Type E 950) (= 15 kg Nitrocellulose atro) bei einem Wassergehalt

von 26,3 % wurden eingefüllt. Innerhalb von 20 Minuten wurden 3,61 Dibutylphthalat über das Zerstäubungsgerät eingesprüht. Anschließend wurde 1 Minute nachgemischt. Der Füllgrad des Mischers ging von 60 auf 35 % zurück. Die vorher faserige Nitrocellulose nahm die Form kleiner, sehr harter Kugeln von 1 bis 2 mm Durchmesser an. Das Produkt war rieselfähig. Temperatur des Gutes nach Ende der Mischzeit 65° C.

### Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung gelatinierter Nitrocellulose durch Behandlung wasserfeuchter Nitrocellulose mit einem Weichmacher in Abwesenheit von Lösungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß die wasserfeuchte Nitrocellulose in einem nicht verdichtend wirkenden Mischer unter gleichzeitiger mechanischer Auflockerung mit der vorbestimmten Menge Weichmacher besprüht und anschließend in an sich bekannter Weise auf Walzenstühlen verdichtet und getrocknet wird.

Best Available Copy